

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005813

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-094250  
Filing date: 29 March 2004 (29.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 12 May 2005 (12.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 2 9 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 9 4 2 5 0

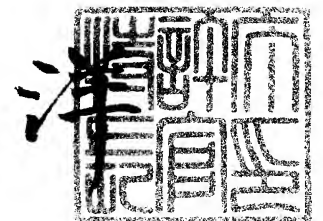
パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号  
J P 2 0 0 4 - 0 9 4 2 5 0  
The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

出 願 人  
Applicant(s): 日 立 粉 末 冶 金 株 式 会 社

2 0 0 5 年 4 月 2 0 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】	特許願
【整理番号】	2003-47
【提出日】	平成16年 3月29日
【あて先】	特許庁長官 殿
【国際特許分類】	B22F 1/00 C22C 38/00 303 H01F 1/22
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都葛飾区南水元4-2-17
【氏名】	石原 千生
【発明者】	
【住所又は居所】	千葉県松戸市稔台687
【氏名】	浅香 一夫
【特許出願人】	
【識別番号】	000233572
【氏名又は名称】	日立粉末冶金株式会社
【代表者】	平野 嘉男
【代理人】	
【識別番号】	100096884
【弁理士】	
【氏名又は名称】	末成 幹生
【手数料の表示】	
【予納台帳番号】	053545
【納付金額】	21,000円
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	要約書 1
【包括委任状番号】	9704291

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

平均粒径が  $1 \sim 45 \mu\text{m}$  の S i 粉末：0.1～3.5 質量％と、C r：3～7 質量％、S i：2～3.5 質量％および残部が F e および不可避不純物からなる F e 合金粉末とからなる混合粉末を、所望の形状に圧粉成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする焼結軟磁性部材の製造方法。

【請求項 2】

前記混合粉末が、水またはエタノール中に前記 S i 粉末を分散させた分散液に前記 F e 合金粉末を浸漬するか、もしくは前記分散液を前記 F e 合金粉末に噴霧し、この後、乾燥させて得たものであることを特徴とする請求項 1 に記載の焼結軟磁性部材の製造方法。

【請求項 3】

前記分散液中に、前記混合粉末 100 質量％に対し 1 質量％以下の結合剤をさらに添加することを特徴とする請求項 2 に記載の焼結軟磁性部材の製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 焼結軟磁性部材の製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、焼結軟磁性部材の製造方法に係り、例えば、自動車用電子燃料噴射装置、油圧機器あるいは各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャ等の、交流磁気特性とともに耐食性と強度を要求される部材に好適とされる焼結軟磁性部材の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

自動車のエンジンにおける燃料供給装置としては、近年、排ガス規制の強化や省燃費などを背景として、電子制御による燃料噴射装置が、旧来のキャブレタに替わって、その装着率を伸ばしつつある。このような電子制御燃料噴射装置や、油圧機器および各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャは、応答性のための高い交流磁気特性、相手材との繰り返し衝撃に耐えうる強度（耐摩耗性）、ならびに環境に対する耐食性が重要な要求特性となっている。また、自動車用の磁性部品はその使用環境から $-40^{\circ}\text{C}$ ～ $200^{\circ}\text{C}$ 程度の温度領域において、安定した磁気特性を有することも重要な要求特性となっている。

【0003】

ところで、上記燃料噴射装置等の電磁部品としては、耐食性や磁気特性が重要であり、特許文献1等の開示されている如く、クロム系の軟磁性ステンレス鋼が主に用いられ、塑性加工や切削加工等の機械成形方法により製造される。しかしながら、自動車用電子燃料噴射弁等の電磁部品は、部品形状が複雑で、かつ寸法精度が厳しいため、機械加工性と、耐食性や磁気特性の両立が困難であるとともに、加工費が高くなるという問題がある。

【0004】

これらの問題を解決するため、特許文献2や特許文献3等において、粉末冶金による製造方法が提案されている。特許文献2は、Fe-Cr合金粉とFe-Si合金粉とFe粉とからなる混合粉末、およびFe-Cr-Si合金粉とFe粉とからなる混合粉末を用い、圧粉成形-焼結する焼結軟磁性材料の製造方法を開示している。また、特許文献3は、ステンレス鋼微粉末とSi微粉末またはFe-Si微粉末を造粒した粉末を原料粉末として用いることを開示している。

【0005】

【特許文献1】 特公平5-10419号公報

【特許文献2】 特開平7-179983号公報

【特許文献3】 特開2002-275600号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところが、上記特許文献2による焼結軟磁性材料は、合金成分を有する粉末と合金成分を含まない粉末（Fe粉）とを混合したものであることから、焼結後の材料は合金成分の分布が不均一となり、そのため磁気特性にバラツキが生じやすく、耐食性および強度も部分によってムラが生じ、全体として低くなるという問題を有している。また、特許文献3による焼結軟磁性材料は、微粉を用いるため合金成分の分布が均一で、磁気特性、強度、耐食性等の特性は良好であるものの、工業的に高価な微粉末を用いること、および造粒する工程が必要になることによりコストが高くなるという問題を有している。

【0007】

よって本発明は、合金成分の分布が均一な優れた磁気特性を有する焼結軟磁性部材を安価に製造することができる製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は上記目的を達成するためになされたものであって、耐食性の要求限度までCr含有量を抑制してFeの占積率を高めることにより磁気特性を向上させ、かつ、電気抵抗および強度向上、さらには使用環境温度に対する磁気特性の安定化の点から、圧縮性の点で許容できる限度のSi量をFe合金粉末に固溶させて与えるとともに、追加のSi量をSi微粉末の形態で与えることを骨子としている。

#### 【0009】

具体的には、Fe合金粉末として、組成が、Cr：3～7質量%、Si：2～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなる粉末を使用し、このFe合金粉末に、0.1～3.5質量%のSi微粉末を添加混合した混合粉末を用いることを特徴とする。

#### 【0010】

混合粉末は、粉末を単に乾式混合したものでもよいが、水またはエタノール中にSi粉末を分散させた分散液にFe合金粉末を浸漬するか、もしくはこの分散液をFe合金粉末に噴霧し、この後、乾燥させて得たものを用いることが好ましい。また、この分散液に、混合粉末100質量%に対し1質量%以下の結合剤をさらに添加すると、より好ましい。

#### 【発明の効果】

#### 【0011】

本発明によれば、Fe合金粉末として、組成が、Cr：3～7質量%、Si：2～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなる粉末を使用し、このFe合金粉末に、0.1～3.5質量%のSi微粉末を添加混合した混合粉末を用いることを特徴とするもので、Fe合金粉末中にSiが均一に拡散し、このため、合金成分の分布が均一となる。また、高価なFe合金微粉末を用いないことに伴ってそのための造粒工程が不要になるので、安価に製造できる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0012】

以下、本発明の実施の形態を説明する。

まず、本発明の各元素の含有量、および粉末の粒径に関する数値的な規定の理由を以下に述べる。

Crは、部材の電気抵抗の向上に寄与するとともに、耐食性の向上に不可欠な元素である。Crは易酸化元素であり、部材の表面に強固な酸化被膜を形成して部材の耐食性の向上に寄与するが、この効果は、Crが3質量%未満では乏しい。一方、Cr量の増加に伴い耐食性は向上するが、磁気特性の観点からは、Fe量がしだいに減少するため磁束密度が低下し、Cr量が7質量%を超えると、磁束密度の低下が著しくなるため、7質量%を上限とする。

#### 【0013】

Siは、電気抵抗の向上に寄与するとともに、渦電流損を減少させて低鉄損化する効果、およびSiの拡散による結晶粒の粗大化により透磁率を高くする効果、さらには高Siとすることで環境温度による磁気特性の変化を抑制する効果を奏する。また、Fe基地を強化して部材の繰り返し衝撃に対する強度を向上させる効果を奏する。これらの効果は、Si量が2質量%未満では発揮されにくいことから、下限を2質量%とする。このようなSiは、できるだけFe合金粉末に固溶して与えることが、合金成分の均一分布および取り扱いの点から好ましいが、3.5質量%を超える量のSiをFe合金粉末に固溶して与えると、粉末を硬くして圧縮性を損なうことになる。そこで、本発明においては、Fe合金粉末の圧縮性が許容される3.5質量%以下のSiをFe合金粉末に固溶して与え、それ以上の量のSiをSi微粉末の形態で与えることとした。ただし、0.1質量%未満の微量添加では追加効果が乏しく、Si微粉末の量が3.5質量%を超えると、混合粉末に占める微粉の量が多くなり、流動性の低下および圧縮性の低下が生じるため、Si微粉末の添加量を0.1～3.5質量%とした。

#### 【0014】

上記の混合粉末において、Fe合金粉末として通常粉末冶金で用いられる平均粒径が75～150 $\mu$ m程度の粉末を用い、Si微粉末として平均粒径が1～45 $\mu$ mの粉末を用

いて混合すると、F e 合金粉末の周囲に、ファンデルワールス力によってS i 微粉末が薄く、かつ均一に吸着される。この混合粉末は、ベースとなるF e - C r - S i 合金粉末が微粉ではないため、混合粉末の流動性、圧縮性ともに優れ、造粒する手間も不要で、通常の粉末冶金法の手法に容易に適用することが可能である。このような混合粉末を所望の金型に充填し、圧粉成形して得られた成形体を焼結すると、F e 合金粉末周囲に薄くかつ均一に吸着したS i 微粉末が、F e 合金内へ急速に拡散するので、得られる焼結部材の合金成分は各部で均一であり、元のS i 粉末の箇所に気孔が残留することもない。

#### 【0015】

S i 微粉末の平均粒径が45  $\mu$  mを超えると、S i 粉末の重量が大きくなり、ファンデルワールス力による付着力より重力が大きくなって、F e 合金粉の周囲への付着が生じにくくなる。また、付着しないS i 粉末が増加すると、S i の拡散が不均一になって磁気特性にバラツキを生じたり、混合粉末中でS i 粉末どうしが凝集し、焼結後、凝集粉のあった位置に粗大な気孔が残留して、密度の向上が阻害されて磁束密度の低下の要因となる。一方、1  $\mu$  mに満たないものは、工業的に高価である。これらの観点から、S i 粉末の平均粒径を1 ~ 45  $\mu$  mとする。

#### 【0016】

次に、上記F e 合金粉末とS i 微粉末との混合は、通常の粉末冶金法における単純な乾式混合法で十分である。上記のように、必要なS i 量の一部は既にF e 合金に固溶して与えてあるため、追加の微粉末で添加するS i は少量で済む。このため、上記のS i 粉末どうしの凝集が生じにくく、単純な乾式混合であっても、上記のファンデルワールス力によるS i 微粉末の均一な付着が得られる。

#### 【0017】

ただし、より均一なS i の拡散を図る場合には、湿式混合法を用いてもよい。すなわち、S i 粉末を水またはエタノール中に分散させた分散液を予め用意し、この分散液にF e 合金粉末を浸漬するか、もしくはこの分散液をF e 合金に噴霧し、この後、乾燥させたものを使用する。これによって、F e 合金粉末へのより一層の均一なS i 微粉末の付着が得られ、効果的である。

#### 【0018】

上記湿式混合法を採用する場合、上記分散液に、P V P やP V A等の結合剤を添加すると、F e 合金粉末へのS i 微粉末の付着がより強固となるので好ましい。結合剤の添加量は、付着させるS i 粉末が微粉であるため、混合粉末100質量%に対して1質量%以下で十分である。過度の結合剤の添加は、脱脂に要する時間が長くなるおそれがあるので、好ましくない。

#### 【0019】

なお、上記分散液に、分散剤および／または界面活性剤を添加してもよい。分散液に分散剤を添加すると、分散液中にS i 微粉末が沈降せず均一に分散する。また、界面活性剤を添加すると、F e 合金粉末およびS i 微粉末と分散液との濡れ性が改善される。いずれの場合も、S i 微粉末のより一層の均一付着が可能となる。

#### 【実施例1】

#### 【0020】

—100メッシュのF e 合金粉末に、平均粒径が異なるS i 粉末を添加して混合した混合粉末を、成形圧力：700MP aで、外径： $\phi$ 30mm×内径： $\phi$ 20mm×高さ：5mmのリング状の試験片に圧粉成形し、得られた成形体を $10^{-3}$ T o r r の減圧ガス雰囲気中で1200℃×60分間焼結し、表1に示す試料番号01~05の試料を得た。これらの試料について、硬さ、密度、摩耗量、直流磁気特性、交流磁気特性、電気特性および耐食性について評価した結果を表2に示す。なお、これらの評価のための測定／試験方法は、次の通りである。

#### 【0021】

硬さは、ロックウェル硬さのBスケールを用い測定した。密度は、アルキメデス法により測定した。摩耗量は、ソレノイドバルブを想定した60r p mで1000万回の繰り返し

し衝撃試験を行い、試験前後の寸法を測定し、測定値の差を摩耗量として測定した。

#### 【0022】

直流および交流磁気特性の評価は、1次側100回、2次側20回巻線し、直流と交流のB-H曲線を室温（20℃）にて測定して行った。直流磁気特性として、各試験片の磁界強さ2000（A/m）における磁束密度B2000、および透磁率 $\mu_m$ を測定し、交流磁気特性として周波数1kHzで励磁磁束密度0.1Tの鉄損値W（0.1T/1kHz）を測定した。

電気特性の評価は、比抵抗 $\rho$ を、試験片表面を#800の研磨紙で磨き、研磨面を四探針法により測定した。

#### 【0023】

耐蝕性の評価は、80℃で湿度90%の高温多湿環境下での環境試験を行い、100時間で発錆状況を目視により判断した。評価は、錆の発生が認められないものについては○、ほぼ全面に錆が発生したものについては×、全面ではないがある程度の錆が発生したものについては△とした。

#### 【0024】

なお、本実施例では摩耗量の目標値を5 $\mu$ m以下、軸特性の目標値を磁束密度1.2T以上、透磁率3000以上かつ鉄損10W/kg以下とし、耐食性の目標値を△以上として評価を行った。

#### 【0025】

【表1】

試料 番号	配 合 比   質 量 %						全 体 組 成   質 量 %		
	F e 合 金 粉 末				S i 粉 末		F e	C r	S i
	粉 末 組 成   質 量 %			平均粒徑 μ m					
	F e	C r	S i						
O 1	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	1.00	殘部	5.97	3.49
O 2	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	10.00	殘部	5.97	3.49
O 3	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	25.00	殘部	5.97	3.49
O 4	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	45.00	殘部	5.97	3.49
O 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	75.00	殘部	5.97	3.49

#### 【0026】

【表2】

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 μ m	密度 Mg/m <sup>3</sup>	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				B <sub>2000</sub> T	μ <sub>m</sub>	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 ρ μ Ω cm	
0 1	91	2	7.30	1.30	3600	8.3	122	○
0 2	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
0 3	89	2	7.30	1.30	3400	8.5	118	○
0 4	88	3	7.28	1.28	3000	8.8	117	○
0 5	80	6	7.20	1.18	2200	10.7	117	○

#### 【0027】

表1および表2は、添加するSi粉末の平均粒径の影響を調べたもので、これらの試料より次のことがわかる。

（1）平均粒径が細かいものほど硬さが増加して摩耗量が低減しているが、平均粒径が45 $\mu$ mを超える試料番号05の試料は、摩耗量が5 $\mu$ mを超えている。

（2）密度は、Si粉末の平均粒径が25 $\mu$ m以下では一定で、それを超えると低下する



傾向を示すが、これはS i の粗大粒子が均一に拡散しないことに起因する。このため、磁束密度も同じく平均粒径が25  $\mu$  m以下では一定で、それを超えると低下する傾向を示している。この磁束密度の低下は、S i 粉末の平均粒径が45  $\mu$  mを超えると著しく低下し、1.2 Tを下回っている。

(3) 透磁率は、S i 粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい低下する傾向を示し、S i 粉末の平均粒径が45  $\mu$  mを超える試料番号05の試料では、その値が著しく低下している。これもS i の粗大粒子が均一に拡散しないため、結晶粒の成長が不均一になることによるものである。

(4) 比抵抗は、S i 粉末の平均粒径の影響をほとんど受けず、ほぼ一定の値を示す。

(5) 鉄損は、渦電流損とヒステリシス損の和である。このため、S i 粉末が小さく均一に拡散する領域では結晶粒が均一に成長することにより高い透磁率が得られ、ヒステリシス損が低下して鉄損が低くなる。ただし、S i 粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい透磁率が低下するので、ヒステリシス損が大きくなる。このため、これらの総和である鉄損は、S i 粉末の平均粒径が10  $\mu$  mで最小となり、S i 粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい増加する傾向を示す。

(6) 耐食性は、いずれの試料もS i 粉末の平均粒径の大きさの影響を受けず、良好である。

#### 【0028】

以上より、添加するS i 粉末の粒径は細かいものほどよいが、平均粒径が45  $\mu$  mを超えると、透磁率および磁束密度の低下が著しくなるとともに、耐摩耗性が低下し、鉄損の増加も著しいため、平均粒径が45  $\mu$  m以下のS i 微粉末が好適であることがわかった。

#### 【実施例2】

#### 【0029】

実施例1で用いたF e 合金粉末に、表3に示すようにS i 粉末の添加量を変えた混合粉末を用意し、実施例1と同様の条件で試料番号06～13の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号02の試料の結果とともに表4に示す。

#### 【0030】

【表3】

試料 番号	配 合 比   質 量 %						全 体 組 成   質 量 %		
	F e 合金粉末				S i 粉末		F e	C r	S i
	粉末組成   質 量 %			平均粒径 μ m					
	F e	C r	S i						
0 6	残部	残部	6.00	3.00	0.10	10.00	残部	5.99	3.10
0 2	残部	残部	6.00	3.00	0.50	10.00	残部	5.97	3.49
0 7	残部	残部	6.00	3.00	1.00	10.00	残部	5.94	3.97
0 8	残部	残部	6.00	3.00	1.50	10.00	残部	5.91	4.46
0 9	残部	残部	6.00	3.00	2.00	10.00	残部	5.88	4.94
1 0	残部	残部	6.00	3.00	2.50	10.00	残部	5.85	5.43
1 1	残部	残部	6.00	3.00	3.00	10.00	残部	5.82	5.91
1 2	残部	残部	6.00	3.00	3.50	10.00	残部	5.79	6.40
1 3	残部	残部	6.00	3.00	4.00	10.00	残部	5.76	6.88

#### 【0031】

【表 4】

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				$B_{2000}$ T	$\mu_m$	$W(0.1\text{T}/1\text{kHz})$ W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
0 6	88	3	7.33	1.33	3300	8.4	114	○
0 2	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
0 7	95	2	7.26	1.28	3600	8.2	130	○
0 8	105	1	7.22	1.25	4000	8.0	139	○
0 9	108	1	7.19	1.23	4500	8.2	141	○
1 0	110	1	7.16	1.22	4600	8.3	145	○
1 1	113	1	7.13	1.21	4700	8.7	151	○
1 2	115	1	7.10	1.20	6000	8.9	156	○
1 3	120	1	7.04	1.10	4200	10.4	160	○

## 【0 0 3 2】

表 3 および表 4 より、添加する S i 微粉末の添加量の影響は以下の通りであることがわかった。

(1) S i 微粉末の添加量が 0.1 質量%より増加するにしたがい硬さが向上し、摩耗量が低減する。

(2) 密度は S i 添加量が増加するにつれ低下し、磁束密度は低下する傾向を示し、特に S i 微粉末添加量が 3.5 質量%を超える試料番号 1 3 の試料では、磁束密度の低下が著しい。

(3) 透磁率は、S i 微粉末の添加量が増加するにしたがい向上する傾向を示すが、S i 微粉末添加量が 3.5 質量%を超えると、逆に大きく低下する傾向を示す。

(4) 比抵抗は、S i 微粉末の添加量が増加するにしたがい向上している。

(5) 鉄損は、比抵抗の向上にともない S i 微粉末添加量が 1.5 質量%までは低下するものの、1.5 質量%を超えると、磁束密度が低下するため鉄損は大きくなる傾向を示す。そして、S i 微粉末添加量が 3.5 質量%を超えると磁束密度が著しく低下するため、鉄損の増加が著しくなる。

(6) 耐食性は、いずれの試料も S i 粉末の添加量の影響を受けず、良好である。

## 【0 0 3 3】

よって、S i 微粉末の添加量は 0.1～3.5 質量%の範囲で、目標とする摩耗量、磁気特性および耐食性の全てを満足する結果が得られることがわかった。

## 【実施例 3】

## 【0 0 3 4】

表 5 に示す組成の F e 合金粉末に、S i 粉末を添加し混合した混合粉末を用意し、実施例 1 と同様の条件で試料番号 1 4～1 9 の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例 1 の試料番号 0 2 の試料の結果とともに表 6 に示す。

## 【0 0 3 5】

【表 5】

試料 番号	配 合 比   質 量 %						全 体 組 成   質 量 %		
	F e 合金粉末				S i 粉末		F e	C r	S i
	粉末組成   質 量 %								
	F e	C r	S i	平均粒径 μ m					
1 4	残部	残部	—	3.00	0.50	10.00	残部	—	3.49
1 5	残部	残部	1.50	3.00	0.50	10.00	残部	1.49	3.49
1 6	残部	残部	3.00	3.00	0.50	10.00	残部	2.99	3.49
1 7	残部	残部	4.00	3.00	0.50	10.00	残部	3.98	3.49
0 2	残部	残部	6.00	3.00	0.50	10.00	残部	5.97	3.49
1 8	残部	残部	8.00	3.00	0.50	10.00	残部	7.96	3.49
1 9	残部	残部	10.00	3.00	0.50	10.00	残部	9.95	3.49

【0 0 3 6】

【表 6】

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直 流 磁 気 特 性		交 流 磁 気 特 性	電 気 特 性	耐食性
				$B_{2000}$ T	$\mu_m$	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
1 4	88	3	7.50	1.48	3800	8.5	115	×
1 5	87	3	7.45	1.45	3700	8.5	116	×
1 6	88	3	7.40	1.40	3600	8.5	118	△
1 7	89	3	7.35	1.36	3500	8.4	118	○
0 2	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
1 8	90	2	7.26	1.26	3000	8.3	121	○
1 9	90	2	7.15	1.19	2700	8.5	121	○

【0 0 3 7】

表5および表6より、F e 合金粉末中のC r 量の添加量の影響は以下の通りであることがわかった。

(1) 硬さおよび耐摩耗性は、ほぼ一定の値を示し、C r 添加量の影響はほとんど認められない。これは、S i が3質量%添加されていることによって、既に基地硬さが増加していることによると考えられる。

(2) 密度は、F e 合金粉末中のC r 量が増加するにしたがって基地中のF e の含有量が低下する結果、低下する傾向を示し、それにともない基地中のF e の占積率が低下する結果、磁束密度も低下する傾向を示す。特に、C r 量が8質量%を超える試料番号19の試料では磁束密度の低下が著しく、目標とする1.2Tを下回っている。

(3) 透磁率もF e 合金粉末中のC r 量の増加にしたがい低下する傾向を示し、特に、C r 量が8質量%を超える試料番号19の試料では目標値を下回っている。

(4) 比抵抗は、F e 合金粉末中のC r 量の増加にしたがって向上する傾向を示す。

(5) 鉄損は、比抵抗の増加によりF e 合金粉末中のC r 量が6～8質量%の範囲で最小となるが、C r 量が8質量%を超えると、磁束密度、透磁率ともに低下するためヒステリシス損が増加することにより、鉄損が増加する傾向を示す。ただし、この変動は目標範囲内である。

(6) 耐食性は、F e 合金粉末中のC r 量の影響を最も強く受け、C r 量が3質量%に満たない試料番号14および15の試料では、全面に錆が認められた。C r 量が3質量%の試料番号16の試料は若干の錆が認められたものの、概ね良好な外観を示していた。その他のC r 量が4質量%以上の試料では、錆の発生は認められず良好な外観を示していた。

【 0 0 3 8 】

以上より、F e 合金粉末中のC r 量は3質量%以上で錆に対する耐食性の効果が認められ、特に4質量%以上で良好な耐食性を示すが、C r 量が8質量%を超えると、磁束密度、透磁率の低下が著しいため、3～8質量%、好ましくは4～8質量%の範囲で良好な摩耗量、磁気特性および耐食性が得られることがわかった。

【実施例4】

【 0 0 3 9 】

表7に示す組成のF e 合金粉末に、S i 粉末を添加し混合した混合粉末を用意し、実施例1と同様の条件で試料番号20～24の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号02の試料の結果とともに表8に示す。また、-40℃、200℃における透磁率も測定し、室温（20℃）の場合を100とする指数で表した結果を同じく実施例1の試料番号02の試料の結果とともに表9に示す。

【 0 0 4 0 】

【表7】

試料 番号	配 合 比   質 量 %						全 体 組 成   質 量 %		
		F e 合金粉末			S i 粉末		F e	C r	S i
		粉末組成   質 量 %							
		F e	C r	S i	平均粒径 μ m				
2 0	残部	残部	6.00	—	0.50	10.00	残部	5.97	1.50
2 1	残部	残部	6.00	2.00	0.50	10.00	残部	5.97	2.49
2 2	残部	残部	6.00	2.50	0.50	10.00	残部	5.97	2.99
0 2	残部	残部	6.00	3.00	0.50	10.00	残部	5.97	3.49
2 3	残部	残部	6.00	3.50	0.50	10.00	残部	5.97	3.98
2 4	残部	残部	6.00	4.00	0.50	10.00	残部	5.97	4.48

【 0 0 4 1 】

【表8】

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				$B_{2000}$ T	$\mu_m$	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
20	65	10	7.42	1.43	3500	18.3	48	○
21	70	5	7.36	1.35	3500	9.9	87	○
22	82	4	7.33	1.33	3500	9.5	99	○
02	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
23	95	2	7.15	1.20	3300	9.6	131	○
24	105	1	7.05	1.10	2900	10.8	142	○

【 0 0 4 2 】

【表 9】

試料 番号	温度変化による最大透磁率の変化			
	常温	-40℃	200℃	ばらつき の幅
2 0	100	86	116	30 %
2 1	100	93	108	15 %
2 2	100	94	106	12 %
0 2	100	95	105	10 %
2 3	100	96	105	9 %
2 4	100	97	103	6 %

## 【0 0 4 3】

表 7 および表 8 より、F e 合金粉末中の S i 量の添加量の影響は以下の通りであることがわかった。

(1) 硬さは、F e 合金粉末中の S i 量が増加するにしたがい増加する傾向を示し、これに伴い摩耗量が大きく減少する傾向が認められる。ただし、S i 量が 2 質量%に満たない試料番号 2 0 の試料では硬さが乏しく、摩耗量は  $10\ \mu\text{m}$  と大きくなっている。

(2) 密度は、F e 合金粉末中の S i 量の増加にしたがい F e 合金粉末の硬さが増加する結果、圧縮性の低下に伴い低下する傾向を示している。このため磁束密度も低下し、F e 合金粉末中の S i 量が 3.5 質量%を超える試料番号 2 4 の試料では磁束密度の低下が著しく、目標とする  $1.2\ \text{T}$  を下回っている。

(3) 透磁率は、F e 合金粉末中の S i 量の増加にしたがい若干の低下傾向を示すが、目標範囲内の良好な透磁率を示している。

(4) 比抵抗は、F e 合金粉末中の S i 量の増加にしたがい大きく向上する傾向を示す。

(5) 鉄損は、F e 合金粉末中の S i 量が 2 質量%に満たないと目標とする鉄損  $10\ \text{W/kg}$  より大きい値を示すが、F e 合金粉末中の S i 量が増加するにしたがい比抵抗が増加することにより、渦電流損が低下して鉄損は S i 量が 3 質量%までは低下する。ただし、3 質量%を超えると、F e の占積率が低下して磁束密度、透磁率が低下するため、ヒステリシス損が増加して鉄損は増加する傾向を示し、S i 量が 3.5 質量%を超えると、目標とする鉄損  $10\ \text{W/kg}$  より大きくなる。

(6) 耐食性は、いずれの試料も F e 合金粉末中の S i 量の影響を受けず、良好である。

## 【0 0 4 4】

さらに、表 7 および表 9 より、使用環境温度が  $-40\ ^\circ\text{C}$  から  $200\ ^\circ\text{C}$  に変化したときの透磁率の変化（ばらつきの幅）は、2 質量%の S i 添加により、半減していることがわかる。また、S i 添加量がさらに増加するにしたがい透磁率のばらつきの幅は小さくなることがわかる。よって、環境温度が磁気特性に及ぼす影響を小さくするためには 2 質量%以上の S i を添加することにより、変化の幅を  $1/2$  以下に抑制することができることが確認された。

## 【0 0 4 5】

以上より、F e 合金粉末中の S i 量は、2～3.5 質量%の範囲で、摩耗量が小さく、かつ高い磁束密度および高い透磁率の直流磁気特性および低鉄損の交流磁気特性に優れた特性を示すことがわかった。また、F e 合金粉末中の S i 量が 2 質量%以上で使用環境温度が変化しても磁気特性のばらつきが少なくなることがわかった。

## 【実施例 5】

## 【0 0 4 6】

実施例 1 の試料番号 0 2 の試料における粉末の混合形態を、表 1 0 に示す (B)～(D) のようにして、F e 合金粉末の周囲に S i 微粉末を被覆させる方法を変え、試料 2 5～2 7 を得た。なお、混合形態以外は、実施例 1 の試料番号 0 2 の試料と同じ製造工程である。また、表 1 0 の (A) は、実施例 1 で行った単純な乾式混合である。

(B) S i 粉末をエタノール中に分散させた分散液中に F e 合金粉末を浸漬して流動さ

せながらエタノールを揮発乾燥させた。

(C) Si 粉末をエタノール中に分散させた分散液をFe合金粉末に噴霧しつつ流動させながらエタノールを揮発させて乾燥させた。

(D) 上記(C)において、分散液中にバインダ成分として0.25質量%のPVPを添加したものをを用いた。

以上の場合の特性の変化を、表11に示す。

【0047】

【表10】

試料 番号	混合方法
02	(A) 乾式混合
25	(B) Si粉末分散エタノール中にFe合金粉末を浸漬し乾燥
26	(C) Si粉末分散エタノールをFe合金粉末に噴霧しつつ乾燥
27	(D) (C)の分散液中にPVPを0.25質量%添加

【0048】

【表11】

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				$B_{2000}$ T	$\mu_m$	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
02	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
25	91	2	7.31	1.35	3800	8.2	120	○
26	91	2	7.33	1.37	3900	8.0	120	○
27	91	2	7.36	1.40	4100	7.9	120	○

【0049】

表10および表11によれば、(A)の混合形態より(B)、(C)、(D)の混合形態になるにしたがい、Si微粉末の分散形態がより均一であるため、Siの拡散がより均一になり、そのため密度が増加して磁束密度の向上が認められる。また、Siのより均一な拡散により、結晶粒がより均一に成長するため透磁率が向上し、ヒステリシス損が低下して鉄損が低下することがわかる。

【0050】

以上の実施例1～3で検証したように、Si微粉末は単純な乾式混合であっても十分な磁気特性向上の効果が得られるが、実施例4では、混合形態を湿式に変更することで、より一層の磁気特性の向上が果たせることが確認された。

【産業上の利用可能性】

【0051】

本発明の焼結軟磁性部材の製造方法によれば、Fe合金粉末中にSiが均一に拡散し、このため、合金成分の分布が均一となり、また、高価なFe合金微粉末を用いないことに伴ってそのための造粒工程が不要になるので、安価に製造できること、および使用する環境温度に対して磁気特性が安定であることから、自動車用電子燃料噴射装置、油圧機器および各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャ等の、交流磁気特性とともに耐食性と強度を要求される部材に用いられる焼結軟磁性部材を好適に製造することができる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 合金成分の分布が均一な優れた磁気特性を有する焼結軟磁性部材を安価に製造することができる製造方法を提供する。

【解決手段】 平均粒径が $1 \sim 4.5 \mu\text{m}$ のS i 粉末：0.1～3.5質量%と、C r：3～7質量%、S i：2～3.5質量%および残部がF eおよび不可避不純物からなるF e合金粉末とからなる混合粉末を、所望の形状に圧粉成形し、得られた成形体を焼結する。

## 出願人履歴

0 0 0 2 3 3 5 7 2

19900823

新規登録

千葉県松戸市稔台5-2-0番地

日立粉末冶金株式会社